云南三种特色柑橘属果皮精油成分及活性研究[1]

李渔[2]，陈波[3]，施建莲[4]，马海玲[1]，习杨彦彬[5]，刘佳[1*]

(1. 昆明医科大学海源学院，昆明 650101；2.云南省药品评价中心，昆明 650101；3.昆明医科大学科技成果孵化中心，云南 昆明 650500；4.云南新兴职业学院，昆明 650501；5.昆明医科大学 神经科学研究所，昆明 650500)

摘要：为探究云南特色柑橘属西双版纳曼赛龙柚、元江绿皮冰糖橙、德宏青柠的果皮精油成分及抗肿瘤活性，该研究采用水蒸气蒸馏法提取西双版纳曼赛龙柚、元江绿皮冰糖橙、德宏青柠果皮精油，通过 GC-MS 开展定性定量成分分析，并通过 MTT 法开展果皮精油抑制肿瘤增殖研究。结果表明：云南德宏青柠果皮精油提取率最高，元江绿皮冰糖橙皮精油次之、西双版纳曼赛龙柚果皮精油最低；从西双版纳曼赛龙柚、元江绿皮冰糖橙、德宏青柠果皮精油中分别鉴定出 24 种、11 种、13 种成分，月桂烯、萜品烯是三种精油的共有成分。西双版纳曼赛龙柚和元江绿皮冰糖橙皮精油中都含有β-蒎烯、3，7-二甲基-1,6 辛二烯-3-醇、柠檬烯、α-松油醇，及重要香料成分乙酸二甲基苄基原酯和二氢茉莉酮酸甲酯，其中西双版纳曼赛龙柚中柠檬烯含量高达 72.097%，德宏青柠精油中含有活性成分柠檬醛。3 种精油对胃癌细胞 MKN-45、人乳腺癌 MCF-7 和结直肠癌细胞 HCT-116 均有一定的抗肿瘤活性，并呈剂量依赖关系。

关键词：柑橘属，果皮，精油，GC-MS，活性，MTT

中图分类号：Q946　　　　**文献标识码：**A

Components and activities of essential oils of three peel of citrus from yunnan

LI Yu[2]，CHEN Bo[3]，SHI Jianlian[4]，MA Hailing[1]，XIYANG YB[5]，LIU Jia[1*]

（1. *Kunming Medical University Haiyuan College*, Kunming 650101， China; 2. *Yunnan Drug Evaluation Center*， Kunming 650101， China ； 3. *Science and Technology Achievement Incubation Center, Kunming Medical University*, Kunming 650500，China; 4. *Yunnan Xinxing Occupations Institute*，Kunming 650501， China; 5. *Insititute of Neuroscience, Kunming Medical University*, Kunming 650500, China ）

Abstract: In order to investigate and analyze constituents of essential oil from peel and its antitumor activity of *Citrus maxima* cv. Mansailong from Xishuangbanna,*C. sinensis* from

---

[1]收稿日期：2020-11-22

基金项目：国家自然科学基金项目（81560238）；云南省科技厅项目（2018FE001-193）云南省天然药物药理重点实验室开放研究基金项目（70120030508）[Supported by Science Foundation of China (81560238); Yunnan Science and Technology Department Project (2018FE001-193)；Open Research Foundation of Yunnan Provincial Key Laboratory of Pharmacology for Natural Products（70120030508）]。

作者简介：李渔（1983-），硕士，主管药师，从事药品不良反应监测和药物警戒工作，（E-mail）87821038@qq.com。

*通讯作者：刘佳，1983 年-，女，云南昆明人，硕士，副教授，主要从事药剂学研究，（E-mail）1020674159@qq.com。

Yuanjiang, and *C. aurantiifolia* from Dehong in Yunnan. This study uese the essential oil of peel of *C. maxima* cv. Mansailong from Xishuangbanna,*C. sinensis* from Yuanjiang, and *C. aurantiifolia* from Dehong were extracted by steam distillation， qualitative and quantitative component analysis was carried out by GC-MS, and the inhibition of tumor proliferation by pericarp essential oil was studied by MTT method. The results were as follows：the extraction rate of essential oil from *C. aurantiifolia* was the highest, followed by that from *C. sinensis*, and the lowest from *C. maxima* cv. Mansailong. 24, 11 and 13 components were identified from the essential oil of *C. maxima* cv. Mansailong from Xishuangbanna,*C. sinensis* from Yuanjiang, and *C. aurantiifolia* from Dehong peel, respectively. Lauropene and terpene were the common components of the three essential oils. Myrcene and terpene were found in all three essential oil components. Both *C. maxima* cv. Mansailong and *C. sinensis* essential oil contain active monomers compounds in β-pinene and 3,7,6-dimethyl-1diene-3-alcohol, limonene, α-pine oil,and important spices ethanoic acid dimethyl ester and dihydrogen jasmone acid methyl ester, *C. maxima* cv. Mansailong essential oil contains limonene up to 72.097%,Citral is the active ingredient in *C. aurantiifolia* from Dehong Essential Oil. Three essential oils showed certain anti-tumor activity against MKN-45 cell line of gastric cancer, MCF-7 cell line of human breast cancer and HCT-116 cell line of colorectal cancer in a dose-dependent manner.

Key words: citrus, peel, essential oil, GC-MS, activities，MTT

芸香科柑橘属(*Citrus* L.)植物常称柑橘。我国是柑橘发源中心之一，种植历史久远，栽培面积居世界前列（方德秋, 1993）。柑橘属(*Citrus* L.)植物是柑橘类果实重要来源，包括具有重要经济价值物种橙（*Citrus sinensis*）、柚(*C. maxima*)、柑(*C. reticulata*)、柠檬 (*C. limon*)等（方德秋, 1993）。柑橘果皮具有重要药用价值，然而仅一部分得到利用（叶荫民,2010）。果皮精油（张薇等,2005）也是柑橘属植物重要的特征性指标（黄远征等, 1998），其开发利用能提高其附加值（丁晓波,等,2012）（樊二齐等，2012），推动云南贫困地区的脱贫致富。

云南西双版纳曼赛龙柚 (*C. maxima* cv. Mansailong)，是中科院西双版纳热带植物园研究人员 60 年前，从西双版纳勐腊县勐捧镇曼赛龙村的实生柚培育出的优良品种，果实扁球形或近球形,果肉红色艳丽，细嫩化渣, 酸甜适宜, 含丰富的维生素 C 等营养物质。云南元江绿皮冰糖橙（*C. sinensis*）是中国唯一的绿皮冰糖橙（曾柏全等，2003），成熟果实中含有丰富的氨基酸，如谷氨酸、天冬氨酸、半胱氨酸等 17 种人体必需的氨基酸。云南德宏青柠（*C. aurantiifolia*），又称来檬，其成熟果实为黄绿色，有球形、椭球形或倒卵形，可作为天然香料、食品添加剂和保健品、药品、化妆品等的原料。国内外学者对柑橘属植物包括柑橘、柚、橙、柠檬等果肉进行研究，从中发现黄酮类、香豆素、柠檬苦素、胡萝卜素类等天然小分子，部分化合物具有显著抗肿瘤活性（丁晓波等，2012）。然而，西双版纳曼赛龙柚、元江绿皮冰糖橙、德宏青柠果皮精油成分的相关研究仍鲜有报道，尤其是西双版纳曼赛龙柚，并且三者精油成分相关活性研究未见报道（王毓炜等，2008）。

本研究选取云南近几年高产、热销的西双版纳曼赛龙柚、元江绿皮冰糖橙、德宏青柠果皮精油进行研究，分析其精油产油率、化学成分差异，探讨其香气成分及抗肿瘤活性，为这三种云南特色柑橘属植物的应用及开发提供一定的理论基础和具科学价值的参考数据。

1 材料与方法

1.1 材料

云南西双版纳曼赛龙柚：2016 年 11 月，购于中科院西双版纳热带植物园曼赛龙柚种植示范基地；云南元江绿皮冰糖橙：2016 年 11 月，购于元江县哀牢山绿皮冰糖橙种植示范基

地；云南德宏青柠：2017 年 7 月，购于云南德宏州青柠种植示范基地。

1.2 仪器

气相色谱质谱联用仪：美国 Perkin Elmer 公司，型号为 CLARUS600GC-MS。酶联免疫检测仪（酶标仪）：美谷分子仪器有限公司，型号：SpectraMax M5。移液枪：艾本德 eppendof 公司。

1.3 方法

1.3.1 精油提取

将所购曼赛龙柚，绿皮冰糖橙和青柠各取皮 1 000 g 并用水洗净、晾干，分 2 次置于圆底烧瓶中，加超纯水 1 000 mL，连接挥发油测定器和球形冷凝管，并保持水沸腾稳定产生蒸汽，连续提取 9 h。加热停止后，收集精油，以 10 mL 乙醚冲洗精油，并将提取液转移到分液漏斗中，充分摇匀后静置分层，收集乙醚层，加入无水 Na_2SO_4 干燥，低温回收乙醚得到淡黄色透明液态精油，用以气相色谱-质谱分析。

1.3.2 GC-MS 联用仪分析

气相色谱工作条件：毛细管柱 DB-5MS (30 m×0.25 mm×0.25 μm)；进样口温度为 250 ℃；载气为高纯氦（纯度≥99.999%），流速 1.0 mL •min^{-1}；进样方式为分流进样，进样量为 1 μL，分流比 30:1；程序升温条件，初始温度 50 ℃，保持 5 min，然后 2 ℃ • min^{-1} 升至 80 ℃，再 3 ℃ • min^{-1} 升至 230 ℃，保持 16 min，最后 12 ℃ • min^{-1} 升至 250 ℃，保持 20 min。质谱工作条件：电离方式为 EI^+；离子化电压为 70 eV；扫描范围为 35~450 amu；离子源温度为 230 ℃；传输线温度为 260 ℃；在 WILEY、NIST08 谱库进行谱图检索。

1.3.3 抗瘤活性测定

1.3.3.1 细胞培养与培养基

人乳腺癌细胞（MCF-7）、结直肠癌细胞（HCT-116）、胃癌细胞（MKN-45）三株细胞购自中科院上海细胞库。1640 培养基、McCoy5A 培养基，胰蛋白酶，胎牛血清（FBS）均购自 GIBCO 有限公司，噻唑蓝(MTT)购自炎熙生物，二甲基亚砜(DMSO)购自索莱宝公司。

1.3.3.2 采用 MTT 法检测三种精油抗肿瘤活性

取对数生长期细胞用胰蛋白酶消化后，用细胞完全培养液稀释至 $1×10^5$ 个 • mL^{-1}，接种于 96 孔细胞培养板上，每孔 90 μL。在 37 ℃、5% CO_2 培养箱中培养 24 h，待细胞贴壁后，实验组按倍半稀释法设置 5 个不同浓度精油（15、30、60、120、200 μg • mL^{-1}），每孔加入 10 μL 的精油，同时设置阴性对照组和正常对照组，每组 5 个复孔。培养箱中继续培养 48 h，每孔加入 MTT（5 mg •mL^{-1}）溶液 10 μL，继续培养 4 h，弃去上清液，每孔加入 DMSO 100 mL DMSO 使结晶充分溶解，用酶标仪测定在 570 nm，630 nm 双波长下各孔的吸光度（A）值，计算各药物浓度对肿瘤细胞生长抑制率。肿瘤细胞生长抑制率（%）＝（1－实验组 A 值/ 阴性对照组 A 值）×100%。采用 graphpad prism5 软件计算半数抑制浓度（IC_{50}）。

2 结果与分析

2.1 三种云南特色柑橘属果皮精油产率

表 1 三种云南特色柑橘属果皮精油产率对比

Table 1 Comparison of essential oil yield of Peel of three endemic citrus from Yunnan

品种 variety	西双版纳曼赛龙柚 *Citrus maxima cv,Mansailong*	元江绿皮冰糖橙 *Citrus sinensis Osbeck*	德宏青柠 *Citrus aurantiifolia*
精油产率 Essential oil yield (%)	0.51	0.59	0.72

从表 1 可见，云南德宏青柠精油出油率最高，元江绿皮冰糖橙次之，西双版纳曼赛龙柚最低。

2.2 三种云南特色柑橘属果皮精油组分分析

根据气相色谱-质谱联用分析仪获得三种精油样品的总离子流色谱（图 1、图 2 和图 3），

并将其与计算机质谱库匹配,之后再进行人工解析后确定精油样品化学组分的名称，并采用峰面积归一法计算出各组分含量（赵文红等，2007）（表 2、表 3 和表 4）。

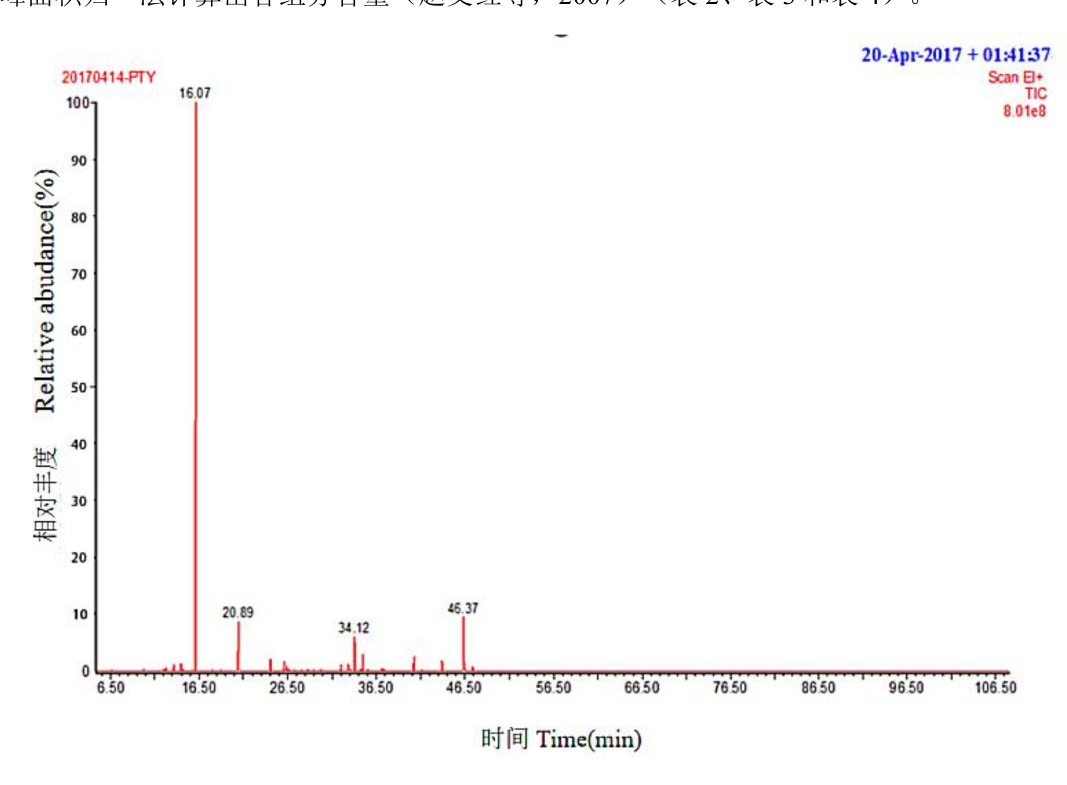


图 1　西双版纳曼赛龙柚精油样品的总离子流色谱

Fig.1 Total ion flow chromatography of *Citrus maxima cv,Mansailong* peel essential oil samples

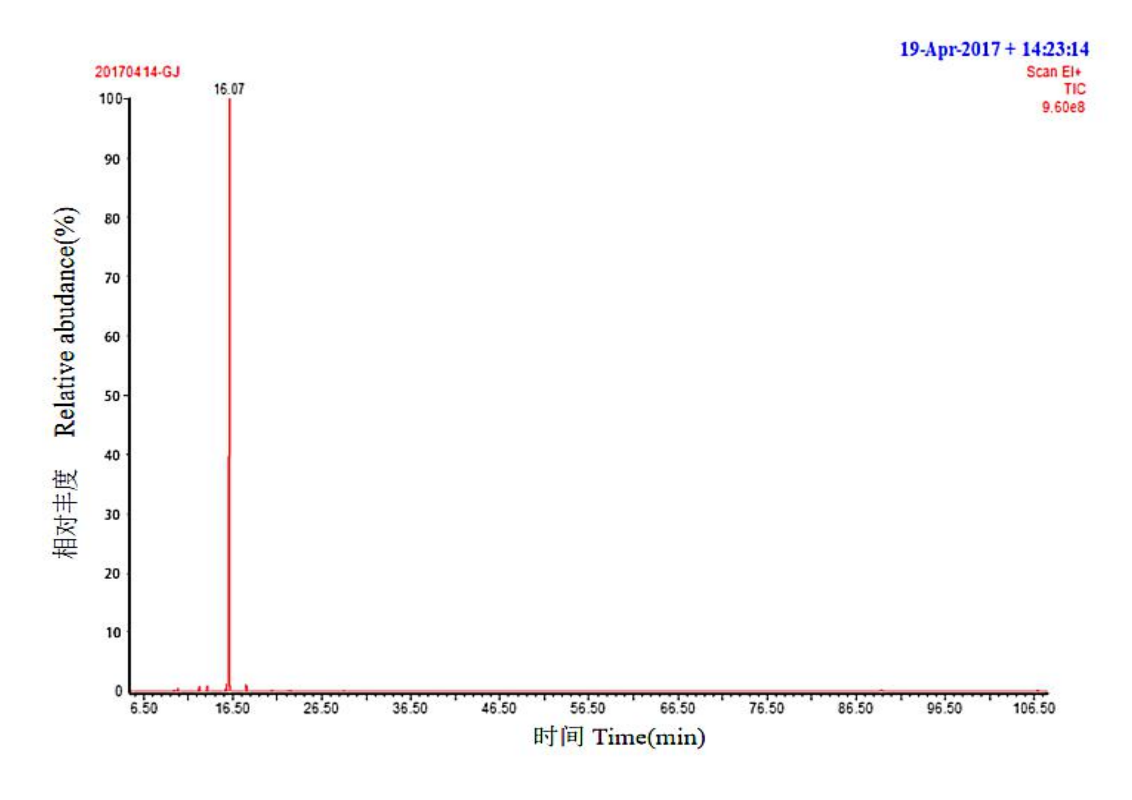


图 2　元江绿皮冰糖橙精油样品的总离子流色谱

Fig.2 Total ion chromatogram of *Citrus sinensis Osbeck* peel essential oil samples

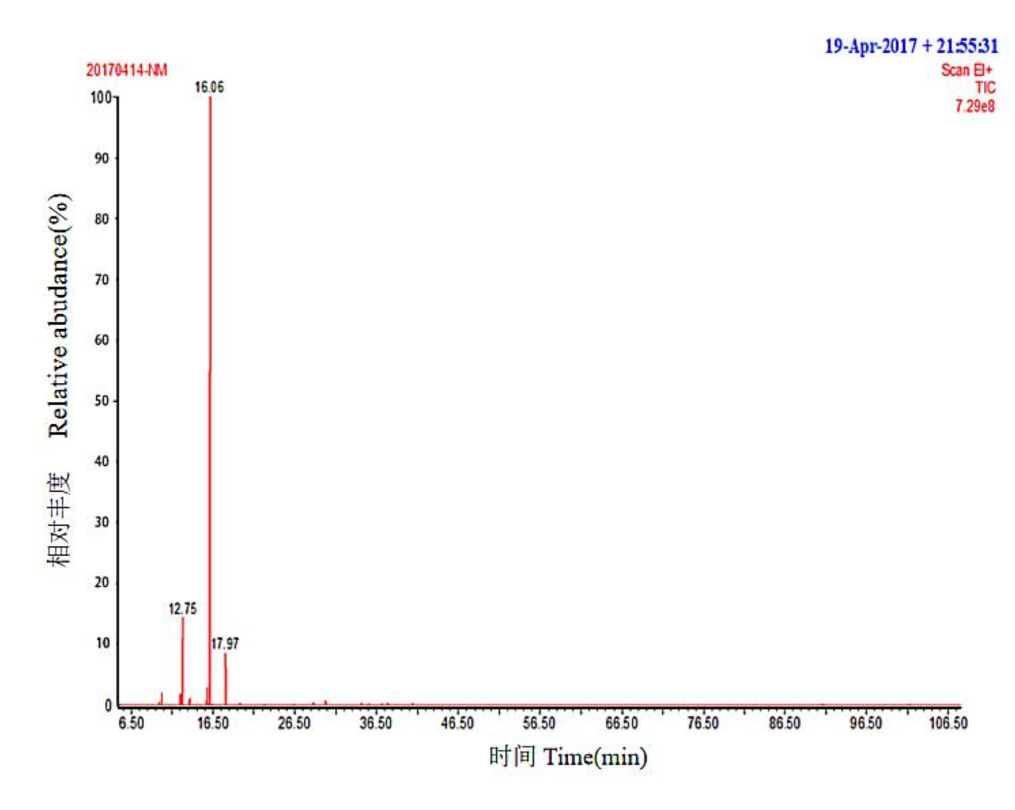


图 3　德宏青柠果皮精油样品的总离子流色谱

Fig.3 Total ion chromatogram of *Citrus aurantiifolia* peel essential oil samples

表 2 西双版纳曼赛龙柚精油样品组分分析

Table 2 Analysis results of aroma component essential oil from *Citrus maxima* cv. Mansailong peel

序号 No.	保留时间 Retain time (min)	化合物名称 Compound name	相对含量 Relative content (%)
1	10.26	2-甲基-5-（1-甲基乙基）-2-环己烯 2-methyl-5 - (1-methylethyl) -2-cyclohexene	0.228
2	13.633	月桂烯 Myrcene	1.004
3	12.749	β-蒎烯 β-pinene	0.255
4	13.633	4-亚甲基-1-（1-甲基乙基）-2-环乙烷 4-methylene -1- (1-methylethyl) -2-cycloethane	0.083
5	14.488	辛醛 Octanal	0.735
6	16.072	柠檬烯 Limonene	72.097
7	17.994	萜品烯 Terpinene	0.095
8	20.892	3,7-二甲基-1,6-辛二烯-3-醇	6.146

		3, 7-dimethyl-1, 6-octadiene-3-alcohol	
9	21.238	3,4-二甲基-3-环己烷-1-吡咯甲醛	0.132
		3, 4-dimethyl-3-cyclohexane-1-pyrrole formaldehyde	
10	24.59	乙酸苯甲酯	1.356
		Phenyl acetate	
11	26.153	1-（R）-苯甲酯乙酸	1.046
		1- (R) - phenylmethyl acetate	
12	26.408	α-松油醇	0.498
		α- terpineol	
13	26.695	3-甲基-6-（1）-甲基乙基乙炔-3-环己烷	0.083
		3-methyl-6 - (1) -methyl-ethyl acetylene-3-cyclohexane	
14	27.192	癸醛	0.131
		Capraldehyde	
15	32.524	乙酸二甲基苄基原酯	0.586
		Dimethyl benzyl acetate	
16	33.35	4-叔丁基环己基乙酸酯	2.364
		4-tert-butyl cyclohexyl acetate	
17	33.433	7-异丙基-1,3,5-三烯-2-环辛烷	0.118
		7-Isopropyl -1,3, 5-triene-2-cyclooctane	
18	33.637	1,1-二甲基-2-丙烯基苯	0.132
		1,1-dimethyl-2-allylbenzene	
19	34.025	1-甲基-4-（1-甲基乙烯基）-环己醇乙酸酯	0.130
		1-methyl-4 - (1-methyl vinyl) -cyclohexanol acetate	
20	34.117	5-甲基四氢化萘	3.569
		5-methyl tetrahydronaphthalene	
21	37.206	4,5,6-三甲基-2-（2-氧-2-环酰乙烷苯）-烟碱甲腈	0.192
		4,5, 6-trimethyl-2 - (2-oxygen-2-cyclo-ethane benzene) - nicotine-methanonitrile	
22	40.725	2,6-二（1,1-二甲基乙基）-4-甲基-氨基甲酸甲酯苯酚	1.504
		2, 6-Bis (1, 1-dimethylethyl) -4-methyl-carbamate phenol	
24	46.366	二氢茉莉酮酸甲酯	6.392
		Methyl dihydrojasmonate	

表 3 元江绿皮冰糖橙精油样品组分分析

Tab.3 Analysis results of aroma component essential oil from *Citrus sinensis* peel

序号 **No.**	**保留时间** **Retain time(min)**	**化合物名称** **Compound name**	**相对含量** **Relative content (%)**
1	9.897	2-甲基-5-（1-甲基乙基）-2-环己烯	0.129
		2-methyl-5 - (1-methylethyl) -2-cyclohexene	
2	10.248	β-蒎烯	0.558
		β-pinene	
3	12.52	4-亚甲基-1-（1-甲基乙基）-2-环己烷	0.162
		4-methylene -1- (1-methylethyl) -2-cyclohexane	
4	12.741	4-亚甲基-1-（1-甲基乙基）-环己烷	0.633

		4-methylene -1- (1-methylethyl) -cyclohexane	
5	13.633	月桂烯	0.799
		Myrcene	
6	15.739	1-甲基-2-（1-甲基乙基）苯	1.131
		1-methyl-2 - (1-methylethyl) benzene	
7	16.069	（S）-1-甲基-4-（1-甲基乙基）-环己烷	95.223
		(S) -1-methyl-4 - (1-methylethyl) -cyclohexane	
8	17.982	萜品烯	0.996
		Terpinene	
9	20.884	柠檬烯	0.203
		Limonene	
10	22.782	（E）-檀香醇	0.085
		(E) - sandalwood alcohol	
11	23.032	3，7-二甲基-1,6 辛二烯-3-醇	0.082
		3, 7-dimethyl-1, 6-octadiene-3-alcohol	

表 4 德宏青柠果皮精油样品组分分析

Tab.4 Analysis results of aroma component essential oil from *Citrus aurantiifolia* peel

序号 **No.**	**保留时间** **Retain time (min)**	**化合物名称** **Compound name**	**相对含量** **Relative content (%)**
1	9.902	α-水芹烯	0.282
		α-water dropwort	
2	10.252	1R-蒎烯	1.224
		1R- pinene	
3	12.507	4-甲基-1-（1-甲乙基）-2-环己烯	1.206
		4-methyl-1 - (1-methylethyl) -2-cyclohexene	
4	12.745	（1S)-6,6-二甲基-2-甲基乙基-2-环已烷	9.461
		(1S) -6, 6-dimethyl-2-methyl-ethyl2-cyclohexane	
5	13.633	月桂烯	0.862
		Myrcene	
6	15.734	1-甲基-3-（1-甲基乙基）苯	2.211
		1-methyl-3 - (1-methylethyl) benzene	
7	16.06	1-甲基-4-（1-甲基乙基）-乙酸环已醇	76.733
		1-methyl-4 - (1-methylethyl) -cyclohexanol acetate	
8	17.973	萜品油烯	0.165
		Terpinolene	
9	19.766	萜品烯	6.61
		Terpinene	
10	28.747	柠檬醛	0.230
		Citral	
11	30.273	（E）-3,7-二甲基-2,6-辛二烯醛	0.444
		(E) -3, 7-dimethyl-2, 6-octadienal	
12	37.857	（Z，E）-3,7,11-三甲基-1,3,6,10-十二烷四烯	0.264

		(Z, E) -3,7, 11-trimethyl-1,3,6, 10-dodecane	
13	40.972	（E）-7,11-二甲基-3-亚甲基-1,6,10-十二碳三烯 (E) -7, 11-dimethyl-3-methyl-1,6, 10-dodecatriene	0.307

2.3 西双版纳曼赛龙柚果皮精油抑瘤活性测定

半数有效抑制浓度(IC_{50}) 是衡量药物抑制肿瘤增殖能力的标准之一（刘梦瑶等，2019）。不同浓度的西双版纳曼赛龙柚果皮精油对胃癌细胞MKN-45、人乳腺癌MCF-7和结直肠癌细胞HCT-116的增殖有不同程度的抑制作用，并呈剂量依赖关系（图5），半数抑制浓度（IC_{50}）分别为44.14 μg • mL^{-1}、54. 69 μg • mL^{-1}和39. 10 μg • mL^{-1}。

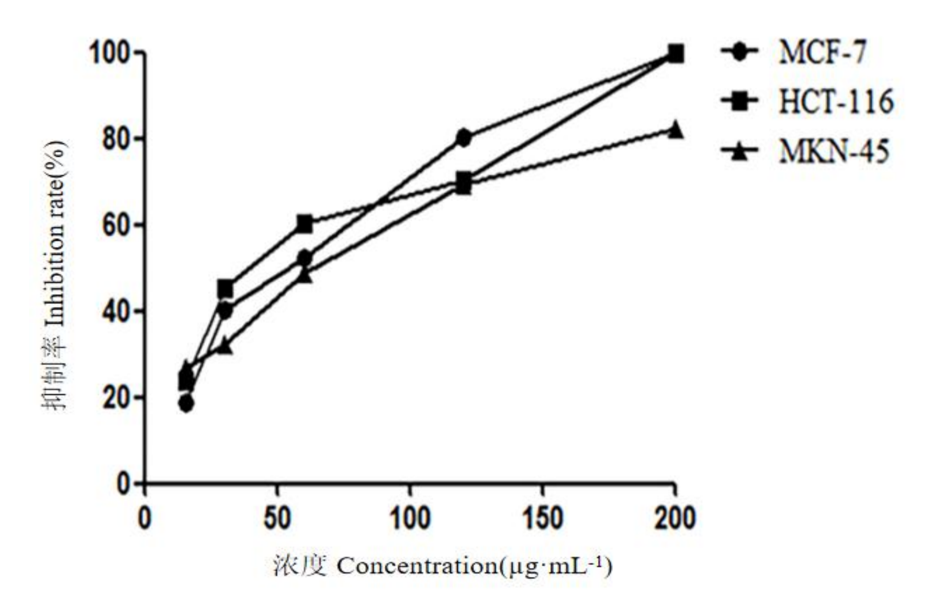


图 5 西双版纳曼赛龙柚果皮精油对肿瘤细胞抑制的量效关系

Fig. 5 Dose-effect relationship of *Citrus maxima cv,Mansailong* peel essential oil on tumor cell inhibition

2.4元江绿皮冰糖橙皮精油抑瘤活性测定

不同浓度的元江绿皮冰糖橙皮精油对胃癌细胞MKN-45、人乳腺癌MCF-7和结直肠癌细胞HCT-116的增殖有不同程度的抑制作用，并呈剂量依赖关系（图6），半数抑制浓度（IC_{50}）分别为72.76 μg • mL^{-1}、67. 70 μg • mL^{-1}和68. 25 μg • mL^{-1}。

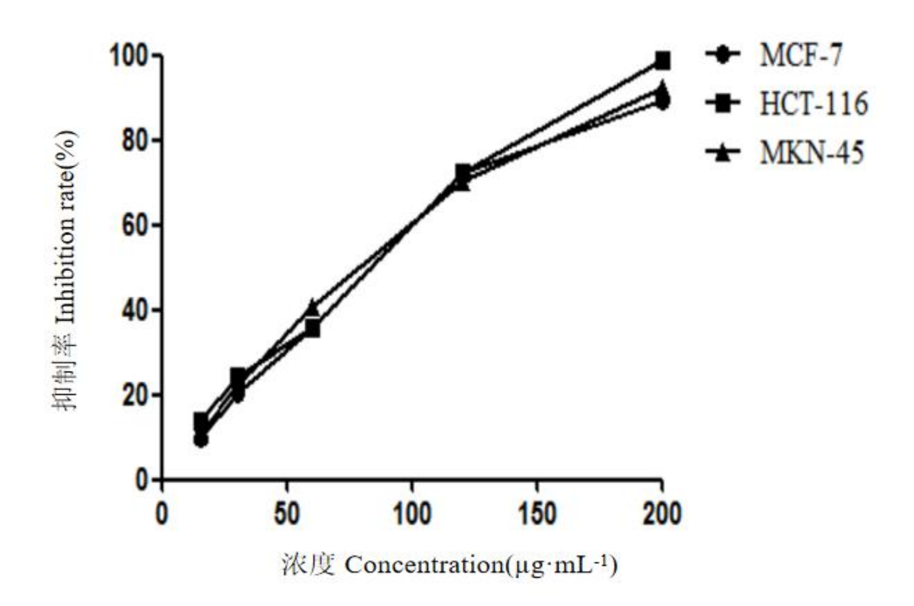


图6 元江绿皮冰糖橙皮精油对肿瘤细胞抑制的量效关系

Fig. 6 Dose-effect relationship of *Citrus sinensis Osbeck* peel essential oil on tumor cell inhibition

2.5德宏青柠果皮精油抑瘤活性测定

不同浓度的德宏青柠果皮精油精油对胃癌细胞MKN-45、人乳腺癌MCF-7和结直肠癌细胞HCT-116的增殖有不同程度的抑制作用，并呈剂量依赖关系（图,7），半数抑制浓度（IC_{50}）分别为87.90 μg • mL^{-1}、69.39 μg • mL^{-1}和65. 74 μg • mL^{-1}。

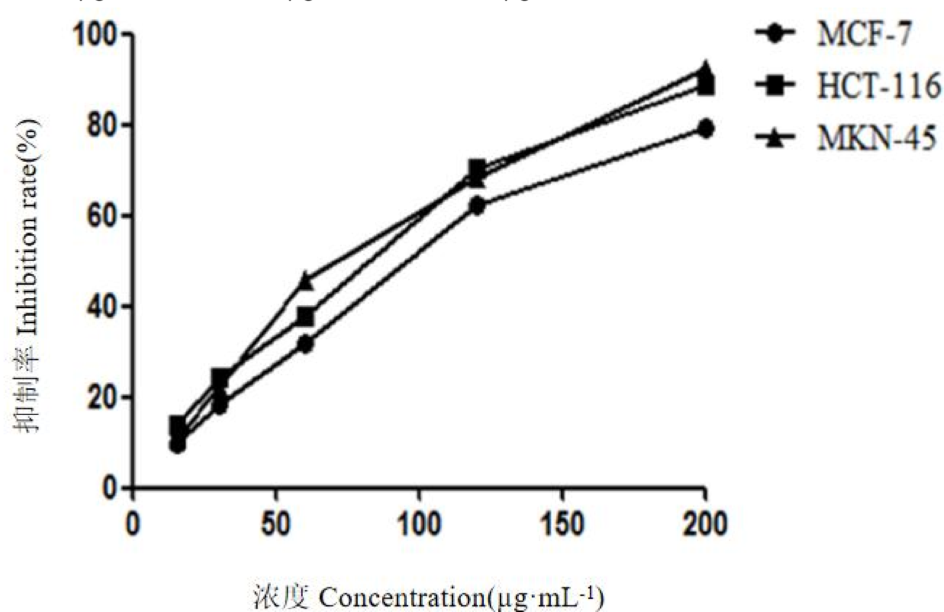


图 7 德宏青柠果皮精油对肿瘤细胞抑制的量效关系

Fig. 7 Dose-effect relationship of *Citrus aurantiifolia* essential oil on tumor cell inhibition

3 讨论与结论

通过GC-MS开展定性定量成分分析可以看出，含量0.01%以上的化学成分西双版纳曼赛龙柚果皮精油中含有24种，其中化合物种类含量高低排序为酯＞烯烃＞醛＞（环）烷烃＞醇＞酚、萘；元江绿皮冰糖橙皮精油中有11种，其中化合物种类含量高低排序为烯烃＞（环）

烷烃＞醇；而德宏青柠果皮精油中有13种，其中化合物种类含量高低排序为烯烃＞醛＞（环）烷烃＞醇。

本研究发现西双版纳曼赛龙柚、元江绿皮冰糖橙、德宏青柠精油成分比较复杂，但其所含的多种成分具有重要的药用价值和化学工业价值，如三种植物果皮共有成分月桂烯、萜品烯。通常情况下，大多数植物中月桂烯的含量很少（郝静梅等,2017），满足不了香料工业的需求，国际上主要依靠于β-蒎烯的裂解（甘芝霖等，2019），而β-蒎烯在西双版纳曼赛龙柚和元江绿皮冰糖橙果皮精油中含量高达 0.255 %和 0.558 %。月桂烯近年来也被广泛用于合成香茅醛、l-薄荷醇、新铃兰醛和龙涎酮等名贵香料产品和有机合成中间体（杨阳等,2012；范存良等,2002；何金洞,2012）。据最新研究报道，萜品烯具有成为天然抗氧化剂的潜力，有望基于此开发各类抗炎药物和保健品。此外，西双版纳曼赛龙柚和元江绿皮冰糖橙皮精油中都含有 3，7-二甲基-1,6 辛二烯-3-醇和活性物质柠檬烯，并且柠檬烯在西双版纳曼赛龙柚果皮精油中含量高达 72.097 %。柠檬烯在美国食用香料与提取物制造商协会认为其毒性属于 GRAS 级（连建伟等,2001），还有在体外对诸如李斯特菌、青霉菌、绿霉菌和黄曲霉菌等真菌（李泰然,2003）、荧光假单胞菌和铜绿假单胞菌两种食源性致病菌均存在抑菌效果（郭苗苗等,2013）。

除此之外，本实验为国内首次对西双版纳曼赛龙柚、元江绿皮冰糖橙、德宏青柠果皮挥发油进行体外抗肿瘤活性研究，并发现对胃癌细胞 MKN-45、人乳腺癌 MCF-7 和结直肠癌细胞 HCT-116 具有一定的抗肿瘤细胞增殖活性（杨丽华等,2020）。本实验研究可以为西双版纳曼赛龙柚、元江绿皮冰糖橙、德宏青柠果皮在食品、保健食品、化妆品和医药产业方面的应用提供理论基础，也有助于柑橘属果皮的利用，变废为宝提高其附加值（赵文红等,2009）。

参考文献：

DING XB, ZHANG H, LIU SY，et al., 2012. Current status of *Citrus* fruit nutrition research [J]. Chin J Hortic, 39 (9) : 1687.[丁晓波，张华，刘世尧,等,2012. 柑橘果品营养学研究现状[J]. 园艺学报，2012，39(9)：1687.]

FAN CL, XU PR, YANG ZB, et al., 2002. Synthesis of laurene from isoprene [J]. Fine Chem, 19 (3) : 137-139.[范存良，徐佩若，杨忠保，等, 2002. 由异戊二烯合成月桂烯[J]. 精细化工，19（3）：137-139.]

FANG DC,1993. Past , present and future of *Citrus* taxonomic studies [J]. Acta Bot Sin, 11 (4) : 375-382. [方德秋, 1993.柑橘分类研究的过去、现在及未来[J]. 植物科学学报，11（4）: 375-382.]

FAN EQ, WANG YH, GUO Y, et al，2012. Analysis of essential oils from leaves of six Magnolia plants by GC-MS with GC-MS [J].J Zhejiang Agric Univ, 29 (2) : 307.[樊二齐，王云华，郭叶，等，2012. 6 种木兰科植物叶片精油的气质联用 GC-MS 分析[J].浙江农业大学学报，29（2）：307.]

GAN JL, NI YY, 2019. *In vitro* and *in vivo* antioxidant activity of γ -terpene pinene [J]. Sci Technol Food Indus, 40 (6) : 100-104.[甘芝霖，倪元颖，2019. γ -萜品烯的体内外抗氧化性研究[J].食品工业科技，40（6）：100-104.]

GUO MM, ZHENG WH, WANG YZ, et al., 2013. Composition analysis and antibacterial activity of *Citrus* peel essential oil [J]. Food Indus, 34(5) :149-151.[郭苗苗，郑炜圣，王韵章，等, 2013.柑橘皮挥发油的成分分析及抗菌活性的研究[J].. 食品工业, 34(5) :149-151.]

HAO JM, SHENG R, SUN ZG, et al.， 2017. Research progress of limonene antibacterial properties [J]. Food Ferment Indus,43 (2) :274-278. [郝静梅，盛冉，孙志高,等,2017.柠檬烯抗菌性研究进展[J]. 食品与发酵工业，43(2) :274-278.]

HE JD, 2012. Study on comprehensive utilization of turpentine in synthetic Perfume [D]. Tiajin: Tiajin University. [何金洞, 2012.松节油在合成香料中的综合利用研究[D]. 天津：天津大学.]

HUANG YZ, WU YL, 1998. Chemical constituents of *Citrus* peel essential oils of 25 species and varieties [J].Res Devel Nat Products, 10 (4) : 48-54.[黄远征，吴云伦, 1998. 25 个种和品种的柑橘果皮精油的化学成分[J]. 天然产物研究与开发，10（4）: 48-54.]

LIAN JW, XIA JL, HUANG K, et al., 2011. Progress in the application of β-laurene in organic reactions [J].Progr Chem Indus, 30 (8) : 1826-1831.[连建伟，夏建陵，黄坤，等,2001. β-月桂烯在有机反应中的应用研究进展[J].化工进展，30(8)：1826-1831.]

LI TR, 2003. Current status and management recommendations of foodborne diseases in China [J]. Chin J Epidem,24(8) :651-653.[李泰然, 2003.中国食源性疾病现状及管理建议[J].中华流行病学杂志，24(8) :651-653.]

LIU MY, GOU LY, XIA J, et al., 2019. Integrin 2 promotes the migration, invasion and adhesion of McF-7 in human breast cancer cells [J].Genom Appl Biol，(1).313-319.[刘梦瑶,苟理尧,夏菁,等, 2019. 整合素β2 促进人乳腺癌细胞 MCF-7 的迁移,侵袭与粘附[J].基因组学与应用生物学，(1).313-319.]

WANG YW, ZHANG HQ.2008. Research progress of antitumor active components in *Citrus* [J].Chin Wild Plant Resour, (5):10-13.[王毓炜,张洪泉.2008.柑橘属植物中抗肿瘤活性成分的研究进展[J].中国野生植物资源, (5):10-13.]

ZHAO WH, ZHAO X， BAI WD, et al.， 2007.Research on extraction of *Citrus* peel essential oil by steam distillation [J]. Mod Food Sci Technol, 23(9):42-45.[赵文红,赵翾,白卫东,等，2007.水蒸汽蒸馏法提取柑桔类果皮香精油的工艺研究[J].现代食品科技, 23(9):42-45.]

YANG LH, JIANG J, 2010. Effects of Zedoaria zedoaria oil on apoptosis of HUMAN breast cancer McF-7 cells and expression of Bcl-2 and Bax [J].Zhejiang J Integr Chin W Med, (12):741-743.[杨丽华,姜杰,2020.莪术油对人乳腺癌 MCF-7 细胞凋亡及 Bcl-2、Bax 表达的影响[J].浙江中西医结合杂志.(12).741-743.]

YANG Y, YOU YH, YAO RS, 2012. Progress in chemical synthesis of laurene [J]. Progr Chem Indus,31 (9) : 2039-2042.[杨阳，尤亚华，姚日生, 2012. 月桂烯化学合成法的研究进展[J]..化工进展，31（9）：2039-2042.]

YE YM, 2010. Investigation, sorting, preservation and utilization of citrus resources in institute of *Citrus*, Chinese academy of agricultural sciences for 50 years [J]. Chin Fruit Indus Inform,27 (9) : 23-27. [叶荫民,2010.中国农业科学院柑橘研究所柑橘资源调查、整理、保存、利用研究五十年[J]. 中国果业信息，27（9）: 23-27.]

ZHANG W, LI X, DENG ZN, 2005. A review of extraction and concentration methods of *Citrus* essential oils [J]. Crop Res, (S1) : 432.[张薇，李霞，邓子牛,2005.柑橘香精油的提取和浓缩方法综述[J].作物研究, (S1)：432.]

ZHAO WH, BAi WD, BAI SY, et al, 2009. Research progress of *Citrus* essential oil extraction technology [J]. Agric Prod Process,(5):18.[赵文红，白卫东，白思韵，等, 2009. 柑橘类精油提取技术的研究进展[J].农产品加工(学刊), (5):18.]

ZENG BQ, GAN L, XIONG XY, 2003. The change rule of total sugar and total acid in rock candy orange and its navel orange fruit [J]. J Hunan Agric Univ (Nat Sci Ed),29(4):343-344.
[曾柏全,甘霖,熊兴耀，2003.冰糖橙及冰糖脐橙果实的总糖与总酸的变化规律[J].湖南农业大学学报(自然科学版),29(4):343-344.]